

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Jean-Philippe PASCAL, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP03/14524

INTERNATIONAL FILING DATE: December 18, 2003

FOR: USE OF AN ACARICIDAL POWDER

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTIONCommissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
France	02 16448	19 December 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/EP03/14524.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423



INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE

2005

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

REC'D.	07 APR 2004
WIPO	PCT

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

29 JAN. 2004

Fait à Paris, le _____

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

BEST AVAILABLE COPY

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersbourg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

TÉLÉCOPIE LE 19/12/02

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

REMISE DES PIÈCES DATE		Réserve à l'INPI 19/12/02		Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire DA 540 W / 2E0599		
LIEU 99		N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE		
DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI		0216448 19 DEC. 2002		SOLVAY (Société Anonyme) Direction Régionale pour la France 12, Cours Albert, 1er F-75383 PARIS CEDEX 08 (France)		
Vos références pour ce dossier (facultatif)		S 02/33				
Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie						
<input checked="" type="checkbox"/> NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes				
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>				
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>				
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>				
Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale		N°	Date / /			
		N°	Date / /			
Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale		<input type="checkbox"/>	Date / /			
		N°	Date / /			
<input checked="" type="checkbox"/> TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)						
Utilisation d'une poudre acaricide						
<input checked="" type="checkbox"/> DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date / / / N° Pays ou organisation Date / / / N° Pays ou organisation Date / / / N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»				
<input checked="" type="checkbox"/> DEMANDEUR		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»				
Nom ou dénomination sociale		SOLVAY				
Prénoms						
Forme juridique		Société Anonyme				
N° SIREN						
Code APE-NAF						
Adresse	Rue		Rue du Prince Albert, 33			
	Code postal et ville		1050	Bruxelles		
Pays		Belgique				
Nationalité		Belge				
N° de téléphone (facultatif)						
N° de télécopie (facultatif)						
Adresse électronique (facultatif)						

**BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

RENDEZ DES PIÈCES DATE	<i>19/11/01</i>	Réserve à l'INPI
LEU 99	02161483	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		

DB 540 W / 260000

Vos références pour ce dossier : (facultatif)	
1 MANDATAIRE	
Nom	
Prénom	
Cabinet ou Société	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel	
Adresse	Rue
	Code postal et ville
N° de téléphone (facultatif)	
N° de télécopie (facultatif)	
Adresse électronique (facultatif)	
2 INVENTEUR (S)	
Les inventeurs sont les demandeurs	<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée
3 RAPPORT DE RECHERCHE	
Établissement immédiat ou établissement différé	<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Paiement échelonné de la redevance	Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non
4 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES	
Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Requise antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :	
Si vous avez utilisé l'imprimé « Suite », indiquez le nombre de pages jointes	
5 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)	
SOLVAY (Société Anonyme)	
VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	

Utilisation d'une poudre acaricide

L'invention concerne une utilisation d'une poudre acaricide. Plus particulièrement, elle concerne son utilisation dans la protection des céréales.

Par poudre acaricide on entend une poudre au contact de laquelle les acariens ne peuvent survivre. Les acariens peuvent être à l'état d'œufs, de larves ou adultes. L'action de la poudre peut être directe. Elle peut aussi être indirecte, par exemple lorsque la poudre acaricide détruit une substance nécessaire à la survie de l'acarien.

Les acariens sont de petits arachnides, de dimensions proches du dixième de millimètre, qui se développent notamment dans les literies et tapis des habitations et susceptibles de provoquer des réactions allergiques chez l'être humain. Leurs conditions de vie optimales requièrent une humidité comprise entre 55 et 85 % et une température comprise entre 15 et 35°C. Les acariens se nourrissent essentiellement des squames et matières organiques qui s'accumulent dans les textiles épais. Un adulte humain perd en moyenne 1,5 g de peau morte par jour, ce qui suffit à nourrir 1,5 millions d'acariens.

Parmi la diversité d'acariens existants, certains sont particulièrement préoccupants car ils se développent dans l'environnement humain. Il s'agit principalement des acariens de la poussière (*Dermatophagoïdes pteronyssinus*) et de ceux se développant dans les céréales (*Acarus Siro* et *Tyrophagus putrescentiae*).

Il est connu et largement répandu de combattre les acariens au moyen de pyrèthre et de pyréthrinoïdes de synthèse, tels que la perméthrine. Ces substances sont des neuro-toxiques dont la nocivité pour l'homme est de plus en plus établie. Leur utilisation dans la protection des denrées alimentaires et plus particulièrement des céréales est à éviter.

Des substituts aux pyréthrinoïdes, qui soient inoffensifs pour l'homme, et efficaces dans la lutte contre les acariens se développant dans les stocks de céréales sont donc réclamés par de nombreux utilisateurs.

L'invention vise à fournir une méthode, naturelle et inoffensive pour l'homme, permettant d'éliminer de manière simple, efficace et économique, les acariens se développant dans les stocks de céréales.

En conséquence, l'invention concerne l'utilisation d'une poudre comprenant plus de 40 % en poids de bicarbonate de sodium pour ses effets acaricides dans le stockage des céréales.

Le bicarbonate de sodium est un produit réputé inoffensif pour l'homme.

5 Il est même autorisé par différents organismes (tels la FDA aux Etats-Unis) dans l'alimentation humaine. Le bicarbonate de sodium peut donc être utilisé sans danger dans la protection des céréales, pour ses effets acaricides. De plus, il s'est avéré particulièrement efficace contre les acariens mentionnés ci-dessus se développant dans les céréales.

10 On a observé que les acariens ne mangent pas la poudre acaricide conforme à l'invention mais que les grains fins de cette poudre adhèrent à la surface extérieure des acariens. Sans vouloir être lié par une explication théorique et sans exclure d'autres modes d'action, l'inventeur pense que l'utilisation d'une poudre conforme à l'invention comme acaricide détériorerait 15 certains équilibres d'échanges membranaires du cuticule de l'acarien et de la coquille de l'œuf, ce qui induirait leur déshydratation et finalement leur mort.

20 La poudre acaricide selon l'invention peut être utilisée en mélange avec les céréales. Elle peut également être appliquée uniquement sur les parois du moyen de stockage (silos, sacs, camions...) des céréales. Par stockage, on entend, au sens large, non seulement la conservation pendant de longues durées, mais aussi des conservations pendant des durées courtes pouvant survenir lors de la manutention des céréales récoltées.

25 Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention, les céréales sont stockées dans un silo et la poudre est projetée sur les parois du silo. Dans ce mode de réalisation, il peut être dans certains cas préférable d'appliquer la poudre sous forme de solution ou suspension aqueuse et d'attendre son évaporation avant l'introduction des céréales dans le silo. Après évaporation on a observé que la paroi du silo est couverte d'une poudre très fine.

30 Des poudres ayant des granulométries fines sont apparues avoir un pouvoir acaricide plus élevé.

35 Dans un mode d'exécution avantageux de l'invention, on utilise une poudre dont au moins 90 % des granules qui la constituent ont un diamètre inférieur à 500 µm. Il est toutefois préférable que les granules ne soient pas trop fins. Des poudres telles que au moins 90 % des granules qui les constituent aient un diamètre compris entre 1 µm et 500 µm conviennent en général bien.

Des poudres acaricides conformes à l'invention dont 90 % des granules ont un diamètre inférieur à 100 µm sont préférées.

La poudre acaricide comprend plus de 40 % en poids de bicarbonate de sodium. On préfère qu'elle comprenne au moins 50 % de bicarbonate de sodium.

5 Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention, la poudre acaricide comprend au moins 95 % de bicarbonate de sodium. Elle peut être constituée essentiellement de bicarbonate de sodium.

10 Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention, la poudre acaricide ne comprend aucune substance neurotoxique. En particulier, la poudre ne contient ni pyrèthre ni pyréthrinoïdes de synthèse, tels que la perméthrine.

Un autre aspect de l'invention concerne l'utilisation d'une poudre selon l'invention pour ses effets combinés acaricides et insecticides.

15 En effet, les céréales peuvent également être endommagées par certains insectes qui s'y développent couramment. Il s'agit notamment du charançon du blé (*Stophilus Granarius*) et du capucin des grains (*Rhizopertha Dominica*). Ces insectes sont particulièrement nuisibles car ils pondent leurs œufs à l'intérieur des grains de céréales. La poudre selon l'invention est apparue combattre également ces insectes. Sans vouloir être lié par une explication théorique et sans exclure d'autres modes d'action, l'inventeur pense que le mode d'action de la 20 poudre selon l'invention sur les insectes diffère par rapport à celui sur les acariens. En effet les insectes semblent absorber le bicarbonate de sodium. Après absorption, le bicarbonate provoquerait une augmentation de pression à l'intérieur de l'insecte par libération de gaz, ce qui provoquerait sa mort.

25 Dans un mode d'exécution avantageux de cet aspect de l'invention, on utilise une poudre comprenant en outre au moins 1% en poids de silice. La silice est connue pour ses effets insecticides dans les céréales. Toutefois, on a observé de manière surprenante que l'ajout de quantités minimes (par exemple quelques pourcents) de silice au bicarbonate fournit une poudre dont les effets 30 insecticides, contre les capucins des grains et les charançons des blés, sont supérieurs tant à ceux du bicarbonate seul qu'à ceux de la silice seule. De plus de tels mélanges présentent un grand intérêt économique, le bicarbonate de sodium étant moins cher que la silice.

35 La silice peut être amorphe ou cristalline. La silice amorphe est cependant préférable car sa tolérance par l'organisme humain est meilleure. Des silices amorphes synthétiques se présentant sous forme de silice précipitée sont bien connues. Le séchage par atomisation des silices précipitées donne lieu à des

produits extrêmement fins, qui conviennent bien. De très bons résultats ont également été obtenus avec des silicagels. Le silicagel est le résultat de la réaction d'un acide avec une solution de silicate de sodium. Le gel obtenu est ensuite séché et broyé finement. De tels produits présentent l'avantage d'être 5 plus économiques.

Dans une variante préférée de ce mode d'exécution, la silice est sous forme de silicagel.

Les stocks de céréales sont aussi soumis aux dégâts causés par divers 10 microorganismes tels que *Aspergillus* et *Penicillium*. La poudre acaricide selon l'invention s'est également révélée efficace comme fongicide permettant de combattre ces microorganismes.

En conséquence, l'invention concerne également l'utilisation d'une poudre selon l'invention pour ses effets combinés acaricides, insecticides et fongicides.

Les exemples dont la description suit vont mettre en évidence l'intérêt de 15 l'invention.

Exemple 1

On a déposé 10 g de poudre de bicarbonate de sodium, ayant une 20 granulométrie telle que 100 % des particules ont un diamètre inférieur à 160μ et au moins 95% un diamètre inférieur à 100μ , au fond d'une boîte de Pétri. 50 acariens du blé « *Acarus Siro* » ont ensuite été déposés sur la poudre.

On a observé après 48 heures la mort de 95% des acariens (moyenne sur 3 échantillons). Dans le cas d'un échantillon témoin, conservé dans les mêmes conditions mais sans bicarbonate de sodium, seuls 2% des acariens sont morts (moyenne sur 3 échantillons).

25 Exemple 2

On a procédé comme pour l'exemple 1 sauf qu'on a utilisé des acariens du fromage « *Tyrophagus Putrescentiae* ». On a dans ce cas observé la mort de 100% des acariens après 24heures. Aucun acarien de l'échantillon témoin n'était mort après 24 heures et 4% étaient morts après 48 heures.

30 Les exemples 1 et 2 illustrent l'effet acaricide selon l'invention, en particulier pour les acariens se développant dans les céréales.

Exemple 3

Dans cet exemple on a utilisé une poudre comprenant 96% de bicarbonate de sodium et 4% de silice amorphe précipitée pyrogénée (Aérosil® 200 produit 35 par Degussa). La poudre a une granulométrie telle que 100 % des particules ont un diamètre inférieur à 160μ et au moins 95% un diamètre inférieur à 100μ .

On a déposé 10 g de poudre au fond d'une boîte de Pétri. 50 insectes « Capucins des grains » (*Rhizopertha Dominica*) ont ensuite été déposés sur la poudre, de m^{ême} que suffisamment de nourriture pour assurer une survie de 7 jours.

5 On a observé après 48 heures la mort de 47% des insectes (moyenne sur 3 échantillons). Dans le cas d'un échantillon témoin, conservé dans les mêmes conditions mais sans bicarbonate de sodium, aucun insecte n'était mort (moyenne sur 3 échantillons). Après 72 heures la mortalité des insectes traités conformément à l'invention atteint 79% et après 4 jours 100%, tandis que celle des insectes de l'échantillon témoin est nulle jusqu'à 72 heures et ne dépasse pas 4% après 4 jours.
10

Exemples 4 et 5

Dans les exemples 4 et 5 on a procédé comme dans l'exemple 3 sauf que dans l'exemple 4 on a utilisé une poudre constituée essentiellement de 15 bicarbonate de sodium et dans l'exemple 5 constituée essentiellement de silice (silicagel). Les mortalités après 48 heures ont été de 2% pour le bicarbonate et de 39% pour la silice. Une comparaison des exemples 3, 4 et 5 illustre l'effet insecticide surprenant obtenu sur les capucins des grains en additionnant une quantité minime de silice à la poudre de bicarbonate.

20 Le tableau 1 résume les résultats des essais effectués sur les capucins des grains.

Tableau 1 : Essais sur *Rhizopertha Dominica* (en % de mortalité)

	24h	48h	4 jours	7 jours	10 jours	15 jours
Bicarbonate de sodium	0%	2%	15%	21%	43%	91%
Silice (silicagel)	0%	31%	100%	100%	100%	100%
Bicar + 4 % Aerosil 200	9%	47%	100%	100%	100%	100%
Témoin	0%	0%	2%	5%	9%	11%

Exemples 6 à 8

25 Dans les exemples 6 à 8 on a procédé comme dans les exemples 3 à 5 sauf que le Capucin des grains a été remplacé par le Charançon des blés (*Sitophilus Granarius*). On a également comparé l'effet de différentes silices. Le tableau 2 résume les résultats obtenus. Ils illustrent encore l'efficacité surprenante des mélanges bicarbonate – silice comparés à la silice ou au bicarbonate seul. Ils montrent également les très bons résultats obtenus en utilisant du silicagel.
30

Tableau 2 : Essai sur Sitophilus Granarius (en % de mortalité)

	24h	48h	4 jours	7 jours	10 jours	15 jours
Bicarbonate de sodium	0%	0%	5%	9%	55%	100%
Silice (silicagel)	2%	35%	100%	100%	100%	100%
Bicar + 4 % Aerosil 200	12%	37%	100%	100%	100%	100%
Bicar + 10% Silicagel	16%	41%	100%	100%	100%	100%
Bicar + 4% Sipernat 22S	19%	38%	100%	100%	100%	100%
témoin	0%	0%	3%	9%	13%	15%

RE VENDICATIONS

1. Utilisation d'une poudre comprenant plus de 40 % en poids de bicarbonate de sodium pour ses effets acaricides dans le stockage des céréales.
2. Utilisation selon la revendication précédente dans laquelle les céréales 5 sont stockées dans un silo et la poudre est projetée sur les parois du silo.
3. Utilisation selon l'une quelconque des revendications précédentes dans laquelle au moins 90 % des granules qui constituent la poudre ont un diamètre inférieur à 500 µm.
4. Utilisation selon la revendication précédente dans laquelle le diamètre 10 est inférieur à 100 µm.
5. Utilisation selon l'une quelconque des revendications précédentes dans laquelle la poudre comprend au moins 95 % de bicarbonate de sodium.
6. Utilisation selon l'une quelconque des revendications précédentes dans laquelle la poudre est exempte de substances neurotoxiques.
- 15 7. Utilisation selon l'une quelconque des revendications précédentes pour ses effets combinés acaricides et insecticides.
8. Utilisation selon l'une quelconque des revendications précédentes dans laquelle la poudre comprend au moins 1% en poids de silice.
9. Utilisation selon la revendication précédente dans laquelle la silice est 20 du silicagel.
10. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 7 à 9 pour ses effets combinés acaricides, fongicides et insecticides.



NATIONAL DU
PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75200 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 43 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

INPI
N° 11235*02

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1 / 1 ..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

06 113 W / 26099

Vos références pour ce dossier (facultatif)	S 02/33		
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	0216 W/F		
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)			
Utilisation d'une poudre acaricide			
LE(S) DEMANDEUR(S) :			
SOLVAY (Société Anonyme) Rue du Prince Albert, 33 B-1050 BRUXELLES (Belgique)			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		PASCAL	
Prénoms		Jean-Philippe	
Adresse	Rue	Rue de Saverne, 29	
	Code postal et ville	54000	NANCY (France)
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		PALANGIE	
Prénoms		Nicolas	
Adresse	Rue	Rue du General Leclerc, 23	
	Code postal et ville	60880	LE MEUX (France)
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Le 19 décembre 2002			

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.